

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Shigeyuki HARITA, et al.

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HEREWITH

FOR: POLYVINYL ALCOHOL POLYMER FILM, METHOD OF PRODUCING THE SAME AND POLARIZATION FILM



REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	2000-133361	May 2, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ is submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
 - ☐ are submitted herewith
 - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland

Registration Number 21,124



22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 10/98)

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JC971 U.S. PTO
09/045271
05/01/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 5月 2日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-133361

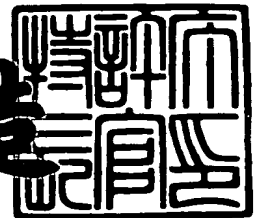
出 願 人
Applicant (s):

株式会社クラレ

2001年 3月16日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3019393

【書類名】 特許願

【整理番号】 4875

【提出日】 平成12年 5月 2日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 5/30

【発明の名称】 ポリビニルアルコール系重合体フィルムとその製造法および偏光フィルム

【請求項の数】 7

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府大阪市北区梅田 1 丁目 1 2 番 3 9 号 株式会社クラレ内

 【氏名】 榛田 滋行

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県倉敷市酒津 1 6 2 1 番地 株式会社クラレ内

 【氏名】 磯▲ざき▼ 孝徳

【特許出願人】

 【識別番号】 000001085

 【氏名又は名称】 株式会社クラレ

【代理人】

 【識別番号】 100087941

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 杉本 修司

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 012793

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

特 2 0 0 0 - 1 3 3 3 6 1

【包括委任状番号】 9115269

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリビニルアルコール系重合体フィルムとその製造法および偏光フィルム

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フィルムの T D 方向に 1 c m 離れた二点間のレタデーション差が 5 n m 以下であるポリビニルアルコール系重合体フィルム。

【請求項 2】 偏光フィルム用である請求項 1 記載のポリビニルアルコール系重合体フィルム。

【請求項 3】 請求項 2 記載の偏光フィルム用ポリビニルアルコール系重合体フィルムを用いて作製した偏光フィルム。

【請求項 4】 ポリビニルアルコール系重合体フィルムを乾燥させる面（第一乾燥面）の長さが 3 m ～ 2 0 0 m であり、この乾燥面を通過して剥離する時のポリビニルアルコール系重合体フィルムの水分率が 5 0 重量%以下であるポリビニルアルコール系重合体フィルムの製造法。

【請求項 5】 請求項 4 において、ポリビニルアルコール系重合体フィルムの表裏両面を、前記第一乾燥面とそれに続く第二乾燥面の二段またはそれ以上の多段にわたって乾燥させて製膜するポリビニルアルコール系重合体フィルムの製造法。

【請求項 6】 請求項 5 において、前記第二乾燥面の長さが、前記第一乾燥面の長さの 1 . 2 倍またはこれより短く設定されているポリビニルアルコール系重合体フィルムの製造法。

【請求項 7】 偏光フィルム用ポリビニルアルコール系重合体フィルムの製造法である請求項 4 ないし 6 のいずれかに記載されたポリビニルアルコール系重合体フィルムの製造法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、色斑の少ない偏光フィルムの製造原料として有用で、延伸時に皺が入りにくいポリビニルアルコール系重合体フィルムとその製造法および偏光フイ

ルムに関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

光の透過および遮蔽機能を有する偏光板は、光のスイッチング機能を有する液晶とともに、液晶ディスプレイ（LCD）の基本的な構成要素である。このLCDの適用分野も、開発初期の頃の電卓および腕時計などの小型機器から、近年では、ラップトップパソコン、ワープロ、液晶カラープロジェクター、車載用ナビゲーションシステム、液晶テレビ、パーソナルホンおよび屋内外の計測機器などの広範囲に広がり、従来品以上に色斑が少なく大面積の偏光板が求められている。

【 0 0 0 3 】

偏光板は、一般にポリビニルアルコール系重合体フィルム（以下、ポリビニルアルコール系重合体を「PVA」、ポリビニルアルコール系重合体フィルムを「PVAフィルム」と略記することがある）を一軸延伸させて染色するか、染色した後一軸延伸してから、ホウ素化合物で固定処理を行った（染色と固定処理が同時の場合もある）偏光フィルムに、三酢酸セルロース（TAC）フィルムや酢酸・酪酸セルロース（CAB）フィルムなどの保護膜を貼り合わせた構成となっている。

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、外観的には均一に見えるPVAフィルムであっても、これにより得られる偏光フィルムには外部から判別困難な色斑が内在していることがある。この色斑は保護膜などを積層した最終製品（偏光板）でないと確認しにくい。この最終製品で色斑が発現すると、良品である保護膜などの副資材も不良品として廃棄されるので、大きなコストロスとなる。

【 0 0 0 5 】

また、液晶表示画面の大型化に伴い大面積の偏光フィルムを得るには、幅広のPVAフィルムを確保する必要がある。しかし、従来のPVAフィルムは、延伸時にカールして両端部に皺が入りやすく、幅方向の収率が悪いため、大面積の偏

光フィルムが得られにくい。

【0006】

そこで、本発明の目的は、延伸時に皺が入りにくくて、液晶表示画面の大型化に対応可能な、色斑が少なく幅広の偏光フィルムの製造原料として有用なPVAフィルムを得られるようにする点にある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明にかかるPVAフィルムは、フィルムのTD方向に1cm離れた二点間のレタデーション差が5nm以下としている。

ここで、レタデーションとは、PVAフィルムの複屈折率×膜厚で示される。この複屈折率は、延伸処理等で付与された前記フィルムの分子配向の度合いによって決まる。また、PVAフィルムの延伸方向(MD方向)がフィルム長手方向となり、この延伸方向と直交する方向(TD方向)がフィルム幅方向となる。

【0008】

この発明によれば、PVAフィルムのTD方向に1cm離れた二点間のレタデーション差を5nm以下とすることにより、延伸時に皺が入りにくくて、色斑が少なく、幅広の良品(偏光フィルム)が高い収率で得られ、液晶表示画面の大型化に対応可能となる。

【0009】

本発明にかかる製造法は、PVAフィルムを乾燥させる面の長さが3m～200mであり、この乾燥面を通過して剥離する時のPVAフィルムの水分率が50重量%以下である。

この発明によれば、目的とする偏光フィルムの製造原料として有用なPVAフィルムが確実に得られる。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の一実施形態を図面に基づいて説明する。

図1は、本発明のPVAフィルムの製造例として、含水PVA(有機溶剤などを含んでいても良い)を溶融して押し出す溶融押出方式を採用したドラム型製膜

機を示している。この製膜機は、例えばフラットダイ 1 から定量の溶融 P V A 2 を、回転するキャスト用の第 1 ロール 3 上に押出し、この円周面で P V A フィルム 6 の一方の面を乾燥する。この後、第 2 ロール 4 の円周面で P V A フィルム 6 の他方の面を乾燥し、最終的に剥がしロール 5 により剥がして P V A フィルム 6 とする。この P V A フィルム 6 は、図示しない調湿機および検査機などを通過してワインダに巻き取られる。

【 0 0 1 1 】

以上の製膜機において、本発明では、P V A フィルム 6 を乾燥させる面のうち、前記第 1 ロール 3 の円周面を第一乾燥面 7 といい、また第 2 ロール 4 の円周面を第二乾燥面 8 という。このとき、同図のように、第 1 ロール 3、第 2 ロール 4、第 n ロール 9、第 $n + 1$ ロール 1 0 の複数個のロールを配置し、二段以上の多段階にわたって乾燥を行うことが好ましい。このようにすれば、第一および第二乾燥面 7、8 等により P V A フィルム 6 の表裏両面がともに均一に乾燥されて、色斑が発生することなく、また延伸時に皺が入ることもなく、良好な P V A フィルム 6 が得られる。

【 0 0 1 2 】

前記第二乾燥面 8 の長さ ($d \sim e \sim f$) は、第一乾燥面 7 の長さ ($a \sim b \sim c$) の 1. 2 倍またはこれより短く設定することが望ましい。特に、1 倍以下が好ましく、0. 9 5 倍以下がより好ましく、0. 9 倍以下が最も好ましい。第二乾燥面 8 の長さ ($d \sim e \sim f$) が、第一乾燥面 7 の長さ ($a \sim b \sim c$) の 1. 2 倍より長い場合は、延伸時に P V A フィルム 6 の両端部に皺が入りやすく、得られる偏光フィルムの幅収率が悪化しやすいだけでなく、色斑も発生しやすい。なお、第二乾燥面 8 の長さ ($d \sim e \sim f$) は、第一乾燥面 7 の長さ ($a \sim b \sim c$) の 0. 0 2 倍以上が望ましい。

【 0 0 1 3 】

前記各乾燥面 7、8、1 1、1 2 は、スチーム、熱媒、温水、電気ヒーターなどにより加熱する。また、温風や冷風などを P V A フィルムに吹き付けたり、P V A フィルム周囲の空気や蒸気などを吸引するなどの手段を、補助的に用いても良い。以上の実施形態では複数のロール 3、4、9、1 0 を用いたが、これに変

えてベルトなどを使用することもできる。また、乾燥面 7、8、11、12 の複
数段を用いて PVA フィルム 6 の乾燥を行う場合、その後段側では、ロールやベ
ルトを用いる乾燥方法だけでなく、テンター方式やフリー方式などのフローティ
ングドライヤーを用いる乾燥方法を採用することも可能である。

【0014】

また、以上の製膜機において、本発明でいう PVA フィルムの第一乾燥面の長
さ ($a \sim b \sim c$) とは、前記溶融 PVA 2 が第 1 ロール 3 の円周面に最初に接触
した位置 a から位置 b を通過して第 1 ロール 3 から剥がされる位置 c までの乾燥
面の長さであり、この第一乾燥面の長さは、3 m ~ 200 m であることが重要で
ある。第一乾燥面の長さが 3 m 未満でも 200 m を超えても、得られる偏光フィ
ルムに色斑が発生しやすい。この第一乾燥面の長さは、好ましくは 3.5 m ~ 1
50 m、より好ましくは 4 m ~ 100 m、さらに好ましくは 5 m ~ 80 m である。

【0015】

また、前記第一乾燥面の長さ ($a \sim b \sim c$) を通過して第 1 ロール 3 から剥離
する時の PVA フィルム 6 の水分率は、50 重量%以下であり、好ましくは 45
重量%以下、さらに好ましくは 40 重量%以下であり、10 重量%以上であるこ
とが好ましい。水分率が、50 重量%を超える場合は、偏光フィルムとしたとき
に色斑が発生し、良好な偏光フィルムは得られない。

【0016】

なお、前記 PVA フィルム 6 の水分率 (重量%) は、ファイバー式赤外水分計
を用いて測定を行った。

【0017】

本発明では、得られる PVA フィルム 6 は、フィルムの TD 方向に 1 cm 離れ
た二点間のレタデーション差が 5 nm 以下であることが重要である。レタデー
ション差は、4 nm 以下が好ましく、3 nm 以下がさらに好ましい。レタデーシ
ョン差が、5 nm を超える場合には、得られる偏光膜に色斑が発生し、良好な偏光
フィルムは得られない。

【0018】

PVAフィルム6の厚さは、好ましくは5～150 μ mであり、最も好ましくは35～80 μ mである。

【0019】

本発明に用いられるPVAは、例えば、ビニルエステルを重合して得られたポリビニルエステルをけん化することにより製造される。また該PVAを不飽和カルボン酸またはその誘導体、不飽和スルホン酸またはその誘導体、炭素数2～30の α -オレフィンなどを15モル%未満の割合でグラフト共重合した変性PVAや、ビニルエステルと不飽和カルボン酸またはその誘導体、不飽和スルホン酸またはその誘導体、炭素数2～30の α -オレフィンなどを15モル%未満の割合で共重合した変性ポリビニルエステルをけん化することにより製造される変性PVAや、未変性または変性PVAをホルマリン、ブチルアルデヒド、ベンツアルデヒドなどのアルデヒド類で水酸基の一部を架橋したいわゆるポリビニルアセタール樹脂などを挙げることができる。

【0020】

前記のビニルエステルとしては、酢酸ビニル、ギ酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、ピバリン酸ビニル、パーサティック酸ビニル、ラウリン酸ビニル、ステアリン酸ビニル、安息香酸ビニルなどが例示される。

【0021】

一方、変性PVAに使用されるモノマーは、主としてPVAの変性を目的に共重合させるもので、本発明の趣旨を損なわない範囲で使用される。このようなモノマーとして、例えばエチレン、プロピレン、1-ブテン、イソブテンなどのオレフィン類；アクリル酸およびその塩；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸i-プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸i-ブチル、アクリル酸t-ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸オクタデシルなどのアクリル酸エステル類；メタクリル酸およびその塩；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸i-プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸i-ブチル、メタクリル酸t-ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸オクタデシルなどのメタクリル酸

エステル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-エチルアクリルアミド、N,N-ジメチルアクリルアミド、ジアセトンアクリルアミド、アクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、アクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、N-メチロールアクリルアミドおよびその誘導体などのアクリルアミド誘導体；メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-エチルメタクリルアミド、メタクリルアミドプロパンスルホン酸およびその塩、メタクリルアミドプロピルジメチルアミンおよびその塩、N-メチロールメタクリルアミドおよびその誘導体などのメタクリルアミド誘導体；N-ビニルホルムアミド、N-ビニルアセトアミド、N-ビニルピロリドンなどのN-ビニルアミド類；メチルビニルエーテル、エチルビニルエーテル、n-プロピルビニルエーテル、i-プロピルビニルエーテル、n-ブチルビニルエーテル、i-ブチルビニルエーテル、t-ブチルビニルエーテル、ドデシルビニルエーテル、ステアシルビニルエーテルなどのビニルエーテル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリルなどのニトリル類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル、フッ化ビニリデンなどのハロゲン化ビニル類；酢酸アリル、塩化アリルなどのアリル化合物；マレイン酸およびその塩またはそのエステル；イタコン酸およびその塩またはそのエステル；ビニルトリメトキシシランなどのビニルシリル化合物；酢酸イソプロペニルなどを挙げることができる。これらのなかでも α -オレフィンが好ましく、特にエチレンが好ましい。変性PVAの変性量は15モル%未満であるのが好ましい。

【0022】

PVAのけん化度は、偏光性能と耐久性の点から90モル%以上が好ましく、95モル%以上がより好ましく、98モル%以上がさらに好ましく、特に99モル%以上が最も好ましい。

【0023】

前記けん化度とは、けん化によりビニルアルコール単位に変換されうる単位の中で、実際にビニルアルコール単位にけん化されている単位の割合を示したものである。なお、PVAのけん化度は、JIS記載の方法により測定を行った。

【0024】

PVAの重合度は、偏光性能と耐久性の点から500以上が好ましく、1000以上がより好ましく、1500以上がさらに好ましく、特に2500以上が最も好ましい。PVA重合度の上限は8000以下が好ましく、6000以下がより好ましい。

【0025】

前記PVAの重合度は、JIS K 6726に準じて測定される。すなわちPVAを再けん化し、精製した後、30℃の水中で測定した極限粘度から求められる。

【0026】

以上のPVAを使用してPVAフィルムを製造する方法として、含水PVAを使用した溶融押出方式による製膜法の他に、例えばPVAを溶剤に溶解したPVA溶液を使用して、流延製膜法、湿式製膜法（貧溶媒中への吐出）、ゲル製膜法（PVA水溶液を一旦冷却ゲル化した後、溶媒を抽出除去し、PVAフィルムを得る方法）、およびこれらの組み合わせによる方法などを採用することができる。これらのなかでも流延製膜法および溶融押出製膜法が、良好な偏光フィルムが得られることから好ましい。

【0027】

PVAフィルムを製造する際に使用されるPVAを溶解する溶剤としては、例えば、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、エチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチロールプロパン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、グリセリン、水などを挙げることができ、これらのうち1種または2種以上を使用することができる。これらのなかでも、ジメチルスルホキシド、水、またはグリセリンと水の混合溶媒が好適に使用される。

【0028】

PVAフィルムを製造する際に使用されるPVA溶液または含水PVAのPVA割合は、10～70重量%が好適であり、10～60重量%がより好適であり、13～55重量%がさらに好適であり、15～50重量%が最も好適である。

このPVA溶液または含水PVAには、必要に応じて可塑剤、界面活性剤、二色性染料などを含有させてもよい。

【0029】

PVAフィルムを製造する際に可塑剤として、多価アルコールを添加することが好ましい。多価アルコールとしては、例えば、エチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、ジグリセリン、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチロールプロパンなどを挙げることができ、これらのうち1種または2種以上を使用することができる。これらの中でも延伸性向上効果からジグリセリンやエチレングリコールやグリセリンが好適に使用される。

【0030】

多価アルコールの添加量としてはPVA100重量部に対し1～30重量部が好ましく、3～25重量部がさらに好ましく、5～20重量部が最も好ましい。1重量部より少ないと、染色性や延伸性が低下する場合があります、30重量部より多いと、PVAフィルムが柔軟になりすぎて、取り扱い性が低下する場合があります。

【0031】

PVAフィルムを製造する際には、界面活性剤を添加することが好ましい。界面活性剤の種類としては特に限定はないが、アニオン性またはノニオン性の界面活性剤が好ましい。アニオン性界面活性剤としては、たとえば、ラウリン酸カリウムなどのカルボン酸型、オクチルサルフェートなどの硫酸エステル型、ドデシルベンゼンスルホネートなどのスルホン酸型のアニオン性界面活性剤が好適である。ノニオン性界面活性剤としては、たとえば、ポリオキシエチレンオレイルエーテルなどのアルキルエーテル型、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテルなどのアルキルフェニルエーテル型、ポリオキシエチレンラウレートなどのアルキルエステル型、ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテルなどのアルキルアミン型、ポリオキシエチレンラウリン酸アミドなどのアルキルアミド型、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンエーテルなどのポリプロピレングリコールエーテル型、オレイン酸ジエタノールアミドなどのアルカノールアミド型、ポリ

オキシアルキレンアリルフェニルエーテルなどのアリルフェニルエーテル型などのノニオン性界面活性剤が好適である。これらの界面活性剤の1種または2種以上の組み合わせで使用する事ができる。

【0032】

界面活性剤の添加量としては、PVA100重量部に対して0.01~1重量部が好ましく、0.02~0.5重量部がさらに好ましく、0.05~0.3重量部が最も好ましい。0.01重量部より少ないと、延伸性向上や染色性向上の効果が現れにくく、1重量部より多いと、PVAフィルムの表面に溶出してブロッキングの原因になり、取り扱い性が低下する場合がある。

【0033】

また、本発明のPVAフィルムから、偏光フィルムを製造するには、例えばPVAフィルムを染色、一軸延伸、固定処理、乾燥処理、さらに必要に応じて熱処理を行えばよく、染色、一軸延伸、固定処理の操作順に特に制限はない。また、一軸延伸を二回またはそれ以上行っても良い。

【0034】

染色は、一軸延伸前、一軸延伸時、一軸延伸後のいずれでも可能である。染色に用いる染料としては、ヨウ素-ヨウ化カリウム；ダイレクトブラック 17、19、154；ダイレクトブラウン 44、106、195、210、223；ダイレクトレッド 2、23、28、31、37、39、79、81、240、242、247；ダイレクトブルー 1、15、22、78、90、98、151、168、202、236、249、270；ダイレクトバイオレット 9、12、51、98；ダイレクトグリーン 1、85；ダイレクトイエロー 8、12、44、86、87；ダイレクトオレンジ 26、39、106、107などの二色性染料などが、1種または2種以上の混合物で使用できる。通常染色は、PVAフィルムを上記染料を含有する溶液中に浸漬させることにより行うことが一般的であるが、PVAフィルムに混ぜて製膜するなど、その処理条件や処理方法は特に制限されるものではない。

【0035】

一軸延伸は、湿式延伸法または乾熱延伸法が使用でき、温水中（前記染料を

有する溶液中や後記固定処理浴中でもよい）または吸水後のPVAフィルムを用いて空気中で行うことができる。延伸温度は、特に限定されないが、PVAフィルムを温水中で延伸（湿式延伸）する場合は30～90℃が、また乾熱延伸する場合は50～180℃が好適である。また一軸延伸の延伸倍率（多段の一軸延伸の場合には合計の延伸倍率）は、偏光性能の点から4倍以上が好ましく、特に5倍以上が最も好ましい。延伸倍率の上限は特に制限はないが、8倍以下であると均一な延伸が得られやすいので好ましい。延伸後のフィルムの厚さは、3～75 μm が好ましく、5～50 μm がより好ましい。

【0036】

PVAフィルムへの上記染料の吸着を強固にすることを目的に、固定処理を行うことが多い。固定処理に使用する処理浴には、通常、ホウ酸および／またはホウ素化合物が添加される。また、必要に応じて処理浴中にヨウ素化合物を添加してもよい。

【0037】

前記PVAフィルムの乾燥処理（熱処理）は、30～150℃で行うのが好ましく、50～150℃で行うのがより好ましい。

【0038】

以上のようにして得られた偏光フィルムは、通常、その両面または片面に、光学的に透明で、かつ機械的強度を有した保護膜を貼り合わせて偏光板として使用される。保護膜としては、三酢酸セルロース（TAC）フィルム、酢酸・酪酸セルロース（CAB）フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系フィルムなどが使用される。また、貼り合わせのための接着剤としては、PVA系の接着剤やウレタン系の接着剤などを挙げることができるが、なかでもPVA系の接着剤が好適である。

【0039】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。なお、実施例中の水分率、レタデーション差、二色性比は以下の方法により評価した。

【0040】

水分率：

ファイバー式赤外水分計（IM-3SCV MODEL-1900（L）、株式会社フジワーク製）を用いて、PVAフィルムの水分率を測定した。

【0041】

レタデーション差：

自動複屈折計（KOBRA 21SDH、王子計測機器株式会社製）を用いて、PVAフィルムの任意の点のレタデーションを測定した。さらに、フィルムの幅方向に1cm離れた位置のレタデーションを測定して、両測定値の差を求めた。

【0042】

二色性比：

得られた偏光フィルムの偏光性能を評価する指標として二色性比を使用した。この二色性比は、日本電子機械工業会規格（EIAJ）LD-201-1983に準拠し、分光光度計を用いて、C光源、2度視野にて測定・計算して得た透過率 T_s （%）と偏光度 P （%）を使用して下記の式から求めた。

$$\text{二色性比} = \frac{\log(T_s/100 - T_s/100 \times P/100)}{\log(T_s/100 + T_s/100 \times P/100)}$$

【0043】

実施例1

けん化度99.9モル%、重合度1750のPVA100重量部に、グリセリン10重量部および水140重量部を含浸させたものを溶融混練し、第一乾燥面の長さが8mの金属ロール（第1ロールに相当する）に溶融押出製膜し、水分率38重量%で剥離し、次いでPVAフィルムのフリー面（第1ロールに接触した面の裏面）を第二乾燥面の長さが4mの金属ロール（第2ロールに相当する）に接触させて乾燥し、厚さ75 μ mのPVAフィルムを得た。当該フィルムの1cm離れた二点間のレタデーション差の最大値は3nmであった。

【0044】

前記PVAフィルムを予備膨潤、染色、一軸延伸、固定処理、乾燥、熱処理の順に処理して偏光フィルムを作成した。すなわち、前記PVAフィルムを30℃

の水中に5分間浸して予備膨潤し、ヨウ素濃度0.4 g/リットル、ヨウ化カリウム濃度40 g/リットルの35℃の水溶液中に3分間浸した。続いて、ホウ酸濃度4%の40℃の水溶液中で5.5倍に一軸延伸を行い、ヨウ化カリウム濃度40 g/リットル、ホウ酸濃度40 g/リットル、塩化亜鉛濃度10 g/リットルの30℃の水溶液中に5分間浸漬して固定処理を行った。この後、PVAフィルムを取り出し、定長下、40℃で熱風乾燥し、さらに100℃で5分間熱処理を行った。

【0045】

得られた偏光フィルムの厚さは22 μm であり、色斑が無く良品であった。また、透過度は43.2%、偏光度は98.8%であり、二色性比は34.6であった。

【0046】

実施例2

けん化度99.9モル%、重合度4000のPVA100重量部と、グリセリン10重量部を含有する、PVA濃度が15重量%の水溶液を、第一乾燥面の長さが50mの金属ベルトに流延製膜し、水分率30重量%で剥離し、次いでPVAフィルムのフリー面（ベルトに接触した面の裏面）を第二乾燥面の長さが4mの金属ロールに接触させて乾燥し、厚さ75 μm のPVAフィルムを得た。当該フィルムの1cm離れた二点間のレタデーション差の最大値は2nmであった。

【0047】

前記PVAフィルムを予備膨潤、染色、一軸延伸、固定処理、乾燥、熱処理の順に処理して偏光膜を作成した。すなわち、PVAフィルムを30℃の水中に5分間浸漬して予備膨潤し、ヨウ素濃度0.4 g/リットル、ヨウ化カリウム濃度40 g/リットルの35℃の水溶液中に3分間浸漬した。続いて、ホウ酸濃度4%の40℃の水溶液中で5.6倍に一軸延伸を行い、ヨウ化カリウム濃度40 g/リットル、ホウ酸濃度40 g/リットル、塩化亜鉛濃度10 g/リットルの30℃の水溶液中に5分間浸漬して固定処理を行った。この後PVAフィルムを取り出し、定長下、40℃で熱風乾燥し、さらに100℃で5分間熱処理を行った。

【 0 0 4 8 】

得られた偏光フィルムの厚さは $22\ \mu\text{m}$ であり、色斑が無く良品であった。また、透過度は 42.9% 、偏光度は 99.7% であり、二色性比は 43.0 であった。

【 0 0 4 9 】

比較例 1

実施例 1 において、第一乾燥面を通過して剥離する時の PVA フィルムの水分率が 53 重量% であること以外は、実施例 1 と同様に処理を行い PVA フィルムを得た。当該フィルムの $1\ \text{cm}$ 離れた二点間のレタデーション差の最大値は $10\ \text{nm}$ であった。

【 0 0 5 0 】

前記 PVA フィルムを実施例 1 と同様に処理を行った。得られた偏光フィルムには色斑が多発していて、比較的色斑の小さい部分を用いて物性を評価したところ、透過度は 43.2% 、偏光度は 98.3% であり、二色性比は 31.76 であった。

【 0 0 5 1 】

比較例 2

実施例 2 において、第一乾燥面を通過して剥離する時の PVA フィルムの水分率が 55 重量% であること以外は、実施例 2 と同様に処理を行い PVA フィルムを得た。当該フィルムの $1\ \text{cm}$ 離れた二点間のレタデーション差の最大値は $7\ \text{nm}$ であった。

【 0 0 5 2 】

前記 PVA フィルムを実施例 2 と同様に処理を行った。色斑が激しく、良好な偏光フィルムを得ることはできなかった。

【 0 0 5 3 】

【発明の効果】

以上のように、本発明によれば、延伸時に皺が入りにくい PVA フィルムが得られる。そして、この PVA フィルムを用いて、色斑が少なく幅広の大型の液晶表示画面用として最適な偏光フィルムを得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

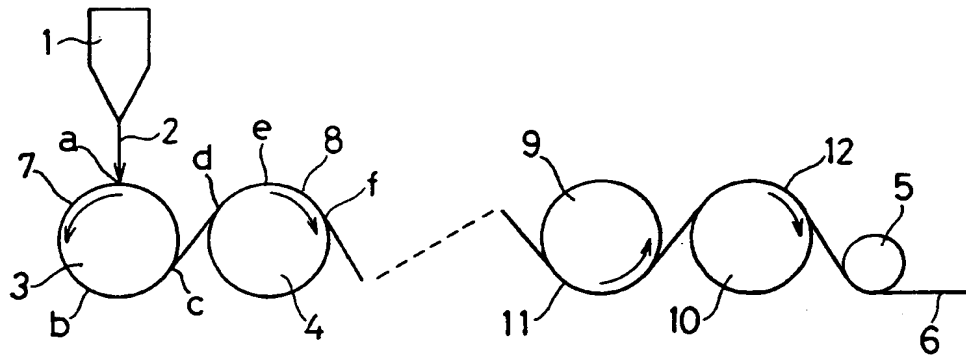
本発明の偏光フィルム用ポリビニルアルコール系重合体フィルムを製造するときの一実施形態を示すドラム型製膜機の概略構成図である。

【符号の説明】

1…フラットダイ、2…溶融PVA、3…第1ロール、4…第2ロール、5…剥がしロール、6…ポリビニルアルコール系重合体フィルム（PVAフィルム）、7…第一乾燥面、8…第二乾燥面、9…第nロール、10…第n+1ロール、11…第n乾燥面、12…第n+1乾燥面、a～b～c…第一乾燥面の長さ、d～e～f…第二乾燥面の長さ。

【書類名】 図面

【図 1】



- | | |
|---------------------------|-----------------|
| 1: フラットダイ | 8: 第二乾燥面 |
| 2: 溶融PVA | 9: 第nロール |
| 3: 第1ロール | 10: 第n+1ロール |
| 4: 第2ロール | 11: 第n乾燥面 |
| 5: 剥がしロール | 12: 第n+1 乾燥面 |
| 6: ポリビニルアルコール系
重合体フィルム | a~b~c: 第一乾燥面の長さ |
| 7: 第一乾燥面 | d~e~f: 第二乾燥面の長さ |

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 延伸時に皺が入りにくいポリビニルアルコール系重合体フィルムを得、また色斑が少なく広い幅の大型の液晶表示画面用として最適な偏光フィルムを得る。

【解決手段】 ポリビニルアルコール系重合体フィルム 6 の T D 方向に 1 c m 離れた二点間のレタデーション差を 5 n m 以下とする。また、ポリビニルアルコール系重合体フィルム 6 を乾燥させる面の長さ (a ~ b ~ c) を 3 m ~ 2 0 0 m とし、この乾燥面を通過して剥離する時のポリビニルアルコール系重合体フィルム 6 の水分率を、5 0 重量%以下として製膜する。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001085]

1. 変更年月日 1990年 8月 9日
[変更理由] 新規登録
住 所 岡山県倉敷市酒津1621番地
氏 名 株式会社クラレ